

TARTU ÜLIKOOL

Loodus-ja tehnoloogiateaduskond

Füüsika Instituut

PRIIDIK MÖLS

**Jääkpingete uurimine konfokaalse hajunud valguse meetodiga liitium-
aluminosilikaatklaasis**

Magistritöö materjaliteaduse erialal

Juhendaja:

Siim Hödemann

Tartu 2015

Sisukord

Sissejuhatus	3
1. Kirjanduse ülevaade	4
1.1 Jääkpingete jaotus keemiliselt karastatud klaasplaatides	4
1.2 Klaasi keemiline karastamine	5
1.3 Konfokaalmikroskoopia	6
1.4 Hajunud valguse fotoelastsusmeetod	7
1.5 Faasimodulatsioonimeetod	10
2. Mõõdetud objekt ja selle ettevalmistamine	12
3. Mõõteaparatuur ja eksperimendi ülesseade	13
4. Andmete töötlus	15
4.1 Pingete analüüs konfokaalse fotoelastsusmeetodi eksperimendi andmeist	15
4.2 LAS klaasobjekti referentsmõõtmised	17
Kokkuvõte	19
Tänuavaldused	19
Kasutatud kirjandus	20
Summary	21
Lihtlitsents lõputöö reprodutseerimiseks ja üldsusele kättesaadavaks tegemiseks	22

Sissejuhatus

Klaas on materjalina olnud kasutuses pikka aega, kuid mitmete kasutusvaldkondade jaoks on olnud tegemist liiga hapra ja õrna materjaliga. Klaas on teatavasti kõva materjal, ilmastikukindel ja hea kulumiskindlusega. Karastamisega saab mitmeid klaasi häid omadusi veel paremaks teha ning vähendada klaasi haprust. Karastatud klaasil on palju eeliseid teiste läbipaistvate materjalide ees. [1]

Klaasi tootmise ja valmistatud klaastoodete rakendamise seisukohast on vajalik teada klaasi mehaanilisi omadusi. Karastatud klaasi mehaanilised omadused võrreldes tavalise klaasiga on otseselt mõjutatud jaakpingete suurusest pinnal ja jääkpingete jaotusest materjalis. Reeglina on tarvilik materjal purustada, et saada teada informatsiooni selle materjali lõpliku tugevuse kohta. Klaasi läbipaistvuse tõttu on klaasi võimalik uurida optiliste meetoditega. Lisaks on klaasis olevad jääkpinged otseselt seotud murdumisnäitajaga, mis annab võimaluse klaasis olevaid pingeid uurida fotoelastsusmeetoditega, millest edasi on võimalik hinnata klaasi mehaanilisi omadusi. Fotoelastsusmeetodid on levinud, kuid väheuniversaalsed. Ühte meetodit ei saa reeglina rakendada erisugustele klaasitüüpidele. Käesoleval ajal keemiliselt karastatud klaasi pingete mõõtmiseks sobilike mittedestruktiivseid meetodeid valmiskujul veel ei eksisteeri. Kasutatavad mõõtmismetodid nõuavad ulatusliku proovi töötlemist ja ettevalmistamist.[2][3]

Käesoleva magistritöö eesmärk oli uurida jääkpingete jaotust tänapäevastes mitmekordseltioonvahetatud keemiliselt karastatud klaasides konfokaalse mikroskoopia abil. Modernsetes rakendustes kasutatavad ioontugevdatud klaasid on väga kõrgete pinnapingetega, sealjuures oluline pinge formuleerumine leiab aset mõnekümnete kuni mõnede sadade mikromeetrite sügavusel pinnast.

Töö koosneb neljast peatükist. Esimeses peatükis antakse teooria ülevaade, teises peatükis kirjeldatakse mõõdetavate objektide omadusi ja ettevalmistamist. Kolmas peatükk kirjeldab eksperimendi läbiviimist ja aparatuuri spetsiifikat. Neljas peatükk käsitleb katsetulemuste analüüsi ja töötlemist.

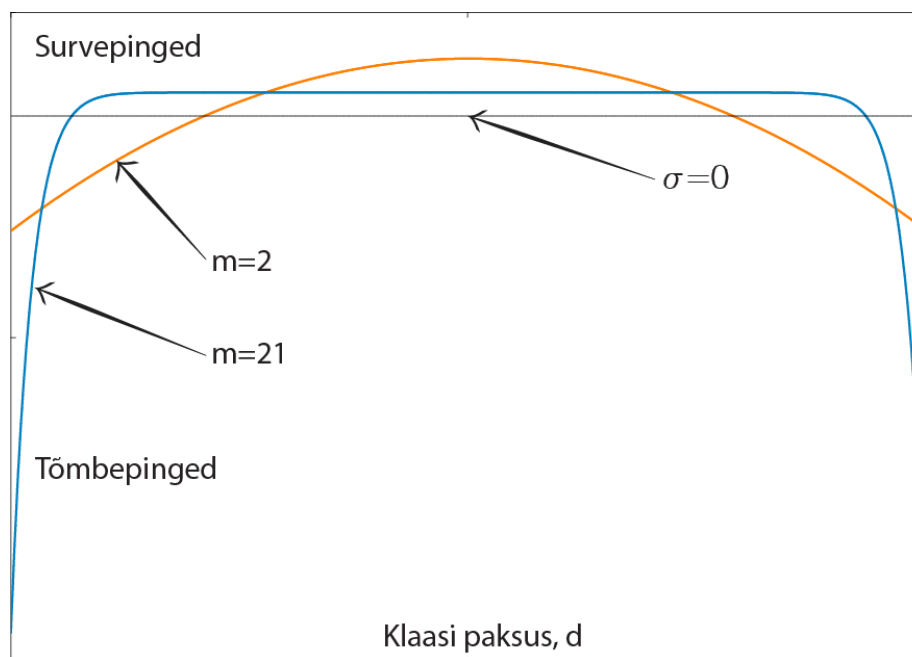
1. Kirjanduse ülevaade

1.1 Jääkpingete jaotus keemiliselt karastatud klaasplaatides

Keemilise karastuse saamiseks asetatakse klaasobjekt tundideks sula või keeva soola sisse, kust ioonid saavad klaasi pinnakihti difundeeruda. Keemilise karastamise protsessis tungivad erinevad ioonid ligikaudu 10 kuni 100µm sügavusele klaasi pinnakihti. Jääkpingete jaotust ühtlaselt karastatud klaasplaadis saab üldjuhul kirjeldada polünoomiga:

$$\sigma(z) = \sigma_s h^{-m} \frac{m+1}{m} \left[\left| (h-z)^m \right| - \frac{h^m}{m+1} \right], \quad (1)$$

kus σ_s - pinnapinge, m – jääkpingete jaotuse polünoomi järk ja h – klaasplaadi poolpaksus



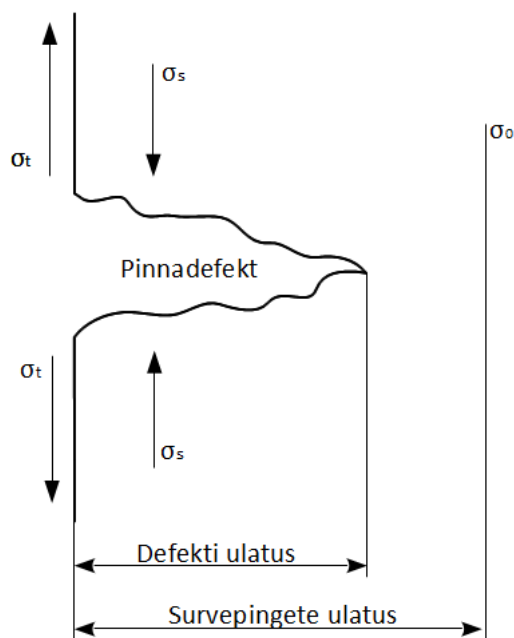
[4]. Termilise karastuse korral on pingejaotus paraboolne, ehk $m = 2$ (Joonis 1). Keemilise karastuse korral on polünoomi järk palju suurem (Joonis 1). [4]

Joonis 1. Jääkpingete jaotus termiliselt karastatud klaasplaadis ($m = 2$) ja keemiliselt karastatud klaasplaadis ($m = 21$)

Jääksurvepinged peavad olema tasakaalustatud jääktõmbepingete poolt tasakaalulises süsteemis, seega pinge integraal $\int_0^{2h} \sigma(z) dz$ läbi klaasplaadi paksuse peab võrduma nulliga.[2]

1.2 Klaasi keemiline karastamine

Klaasi keemiline karastus saavutatakse ioonvahetusprotsessi tulemusena. Idee seisneb klaasi pinnakihi olevate väikeste ionide (nt Na^+ või Li^+) väljavahetamises suuremate ionide vastu (K^+ , Cu^+ , Ag^+ , Rb^+ , Cs^+). Suuremad ionid okupeerivad suurema ruumala klaasi struktuuris ja põhjustavad mehaanilisi pingeid. Levinuim viis tavalise silikaatklaasi



keemiliseks karastamiseks on K^+ ionide abil, sel juhul paigutatakse klaas sula kaaliumnitraadi sisse. K^+ ionide asemel võivad olla ka teised monovalentsed metalli ionid teistsuguse soola koostises. [5][6]

Pinnakihi ruumala, kus ioonvahetus aset leiab on võrdeline ruutjuurega ajast, mille jooksul ioonvahetus aset leiab. Ioonvahetus teostatakse klaasi pehmenemistemperatuurist madalamatel temperatuuridel, kui küllaltki lähedal sellele, takistamaks klaasi struktuuri moondumist, kuid samas võimaldamaks kiiret ioonvahtust pinnaga.

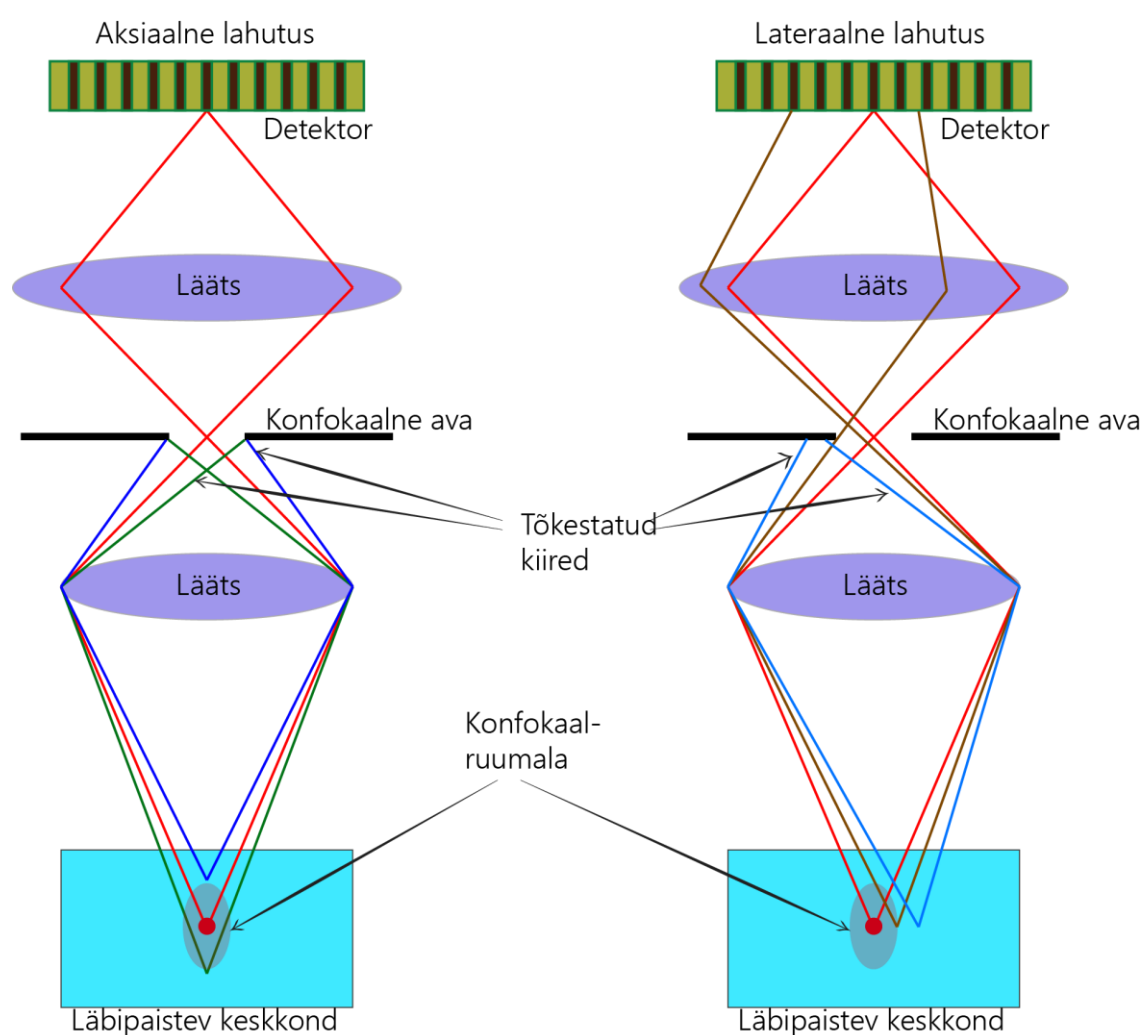
Joonis 2. Karastatud klaasi tugevuse mehhanism

Joonisel 2. on illustreeritud pinnadefekti arenemise tõkestamist survepingete poolt. Keemiline karastamine suurendab klaasi tugevust ja termošokikindlust, samal ajal täites pinnadefekte ionidega. [5]

1.3 Konfokaalmikroskoopia

Konfokaalse mikroskoopia suur eelis tavpärase optilise mikroskoopia ees on detektorisse jõudva info kogumine vaid fookusest ja selle lähiümbrusest. Ruumpiirkonda, kust valgus pääseb uuritavast objektist detektorini nimetatakse konfokaalruumalaks. Väljast poolt konfokaalruumala pärit valgus lõigatakse ära ava ja läätse süsteemi poolt. Konfokaalne mikroskoop kogub valgust ellipsoidi kujulisest ruumalast. [7][8][9]

Tavalises mikroskoobis moodustub detektorile terav kujutis objektiivi fokaaltasandist. Fookust ümbritsevast ruumalast jõuab valgus samuti detektori fokaaltasandile, mis muudab saadava kujutise ümber fookuse hägusaks. Käes olevas töös on oluline saavutada olukord, kus signaal kogutakse ruumalast, mille karakterseid mõõtmed ei ületaks mõnda mikromeetrit. [7][8]



Joonis 3. Konfokaalse detekteerimise skeem

Optilise mikroskoopia lahutusvõime piir on valguse lainepikkusega samas suurusjärgus. Konfokaalne ava mängib mikroskoobi lõpliku lahutusvõime määramisel põhirolli, kuid ei osutu piiravaks teguriks käesolevas töös käsitletud probleemide lahendamisel. Konfokaalse

ava suurus normeeritaks Airy ühikuteks $A\ddot{U}$. $A\ddot{U}$ kirjeldab difraktsiooniefektidest tekitatud piiranguid lahutusvõimele. NA on objektiivi apertuurarv.

$$1A\ddot{U} = \frac{1,22 \cdot \lambda}{NA} \quad (2)$$

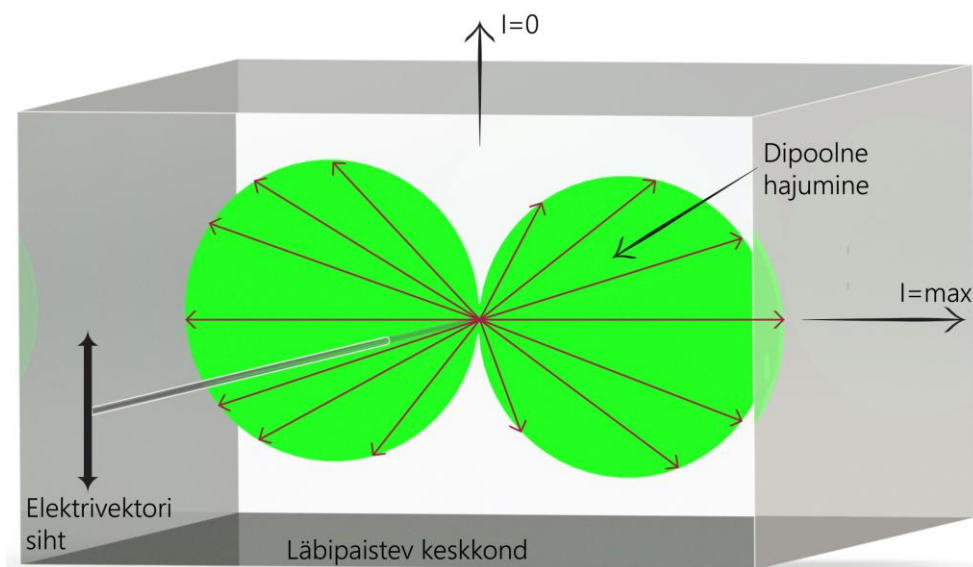
Konfokaalse mikroskoobi aksiaalsed (R_{aks}) ja lateraalsed (R_{lat}) lahutusvõimet kirjeldavad valemid (3a) ja (3b):

$$R_{aks} = \frac{0,88\lambda_{erg}}{(n - \sqrt{n^2 - NA^2})} \quad (3a), \quad R_{lat} = \frac{0,51\lambda_{erg}}{NA} \quad (3b)$$

Valemid (3a) ja (3b) kirjeldavad lahutusvõimet olukorras, kus konfokaalse ava läbimõõt on suurem kui $1A\ddot{U}$. [7]

1.4 Hajunud valguse fotoelastsusmeetod

Fotoelastsusmeetodid põhinevad läbipaistvate materjalide muutumisel mehhaaniliste pingete mõjul kaksikmurdvaks. Hajunud valguse fotoelastsusmeetod põhineb Rayleigh' hajumisel. Hajumistsentritena vaadeldakse murdumisnäitaja n fluktuatsioone, mis on ergastava valguse lainepikkusega võrreldes väikesed. Hajutavad kiirgustsentrind käituvad dipoolidena hajutades valgust risti peale langeva kiirega (joonis 5). [10].



Joonis 4. Rayleigh' dipoolne hajumine

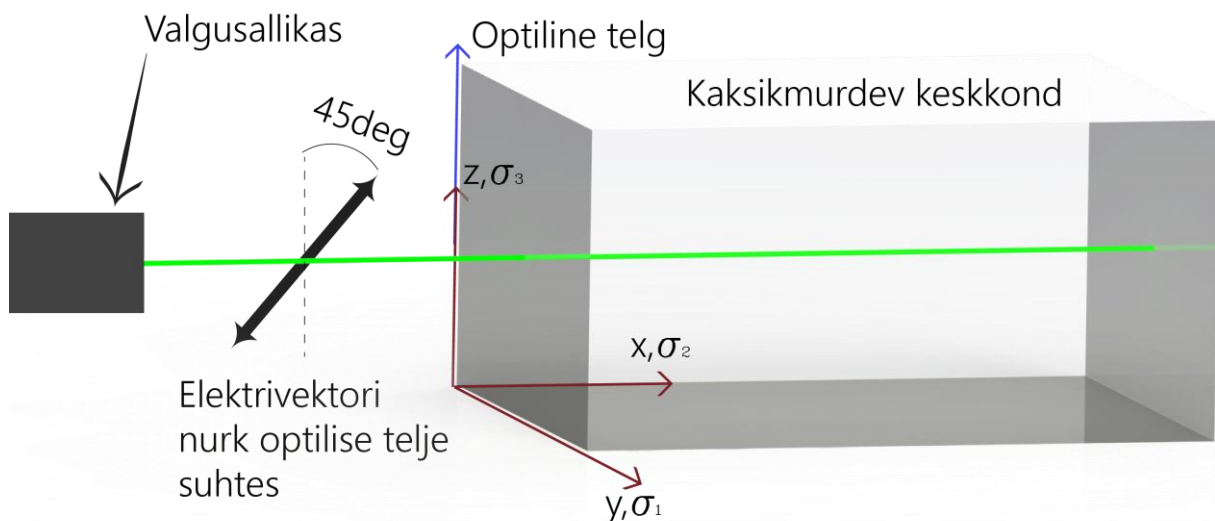
Valgustades uuritavat kaksikmurdvat keskkonda lineaarselt polariseeritud koherentse valgusega, siis hajunud valguse intensiivsus I_s hakkab sõltuma nurgast φ elektrivektori ja

vaatesuuna vahel. Hajunud valguse intensiivsus I_s saavutab maksimaalse väärtuse laserivalguse elektrivektoriga risti olevas sihis $\varphi = 0$ ja minimaalse väärtuse sellega paralleelses suunas $\varphi = 90^\circ$ (joonis 4) [8]. I_s on pöördvõrdelises sõltuvuses valguse lainepikkuse λ neljanda astmega ning võrdelises sõltuvuses peale langeva valguse intensiivsuse I_0 ja materjalikonstandiga A :

$$I_s = \frac{I_0 \cdot A}{\lambda^4} (1 - \cos^2 \varphi) \quad (4)$$

Kaksikmurdvasse materjali sisenenud kiir olles risti peapingete σ_1 ja σ_3 sihtidega ning lineaarselt polariseeritud optilise telje o suhtes 45° all, siis sisenenud kiir jaotub tavaliseks ja ebatavaliseks kiireks (o - ja e -kiireks).

Tavalise ja ebatavalise kiire elektrivektorid on risti. [10]. Tavalise ja ebatavalise kiire elektrivektorid võnguvad peapingete σ_1 ja σ_3 sihis ning kanduvad edasi erinevate kiirustega.



Joonis 5. Peapingetelgede asend

o - ja e -kiirte kiiruste erinevus on võrdeline peapingete erinevusega. o - ja e -kiire lainefrontide lahknemise tõttu tekib faasivahe Φ kahe kiire vahel, mis suureneb edasiliikumisel piki peale langeva valguse kulgemisteed. [10]

Tulemusena muutub peale langeva kiirguse polarisatsiooni olek kaksikmurdvas keskkonnas ja koos sellega ka hajunud valguse intensiivsus I_s .

Modulatsiooni kulg on sinusoidaalne kiire levimisel klaasi optilise teljega risti oleva konfiguratsiooni korral. Hajumise maksimumid avalduvad valguse elektrivektori sihi ja vaatlussihi risti paiknemise korral valemi (5) järgi:

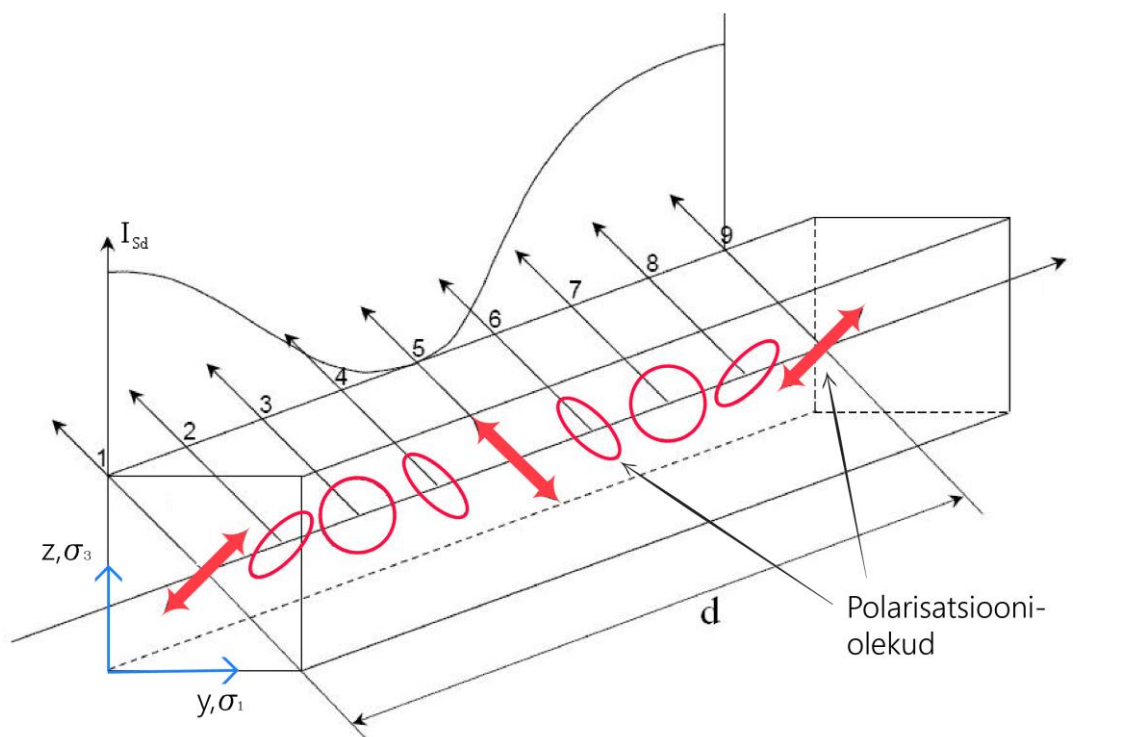
$$I_s = I_0 \sin^2 \left(\frac{\Phi}{2} \right). \quad (5)$$

Polarisatsiooni olek muutub lineaarselt polariseeritud olekust ringpolariseeritud olekuni 45° faasivahe korral, risti lineaarselt polariseeritud olekusse 90° juures, uuesti ringpolariseeritud olekusse 135° juures ning tagasi algasendisse 180° juures. Lineaarselt ja ringpolariseeritud olekute vahel on polarisatsiooni olek elliptiline. [10][11]

Sageli kirjeldatakse faasimodulatsiooni käiguvahega. Käiguvahe avaldub faasivahest valemiga

$$\delta = \frac{\lambda}{2\pi} \Phi \quad (6)$$

Tavalise ja ebatavalise kiire levikul klaasplaadis tekib interferents, mille tulemusena on vaadeldav hajunud valguse intensiivsuse modulatsioon $I_{sd} = 0,5I_s(1 + \cos \Delta\delta)$. Hajunud valguse modulatsiooni periood d on vahekaugus kahe hajumismaksimumi või hajumismiinimumi vahel ruumis ehk teisisõnu vahekaugus kahe samasihilise lineaarse polarisatsioonioleku vahel.[12]



Joonis 6. Hajunud valguse intensiivsuse ja polarisatsioonioleku vaheline seos

Kaksikmurdvas keskkonnas olevad pinged on pöördvõrdelises seoses hajunud valguse modulatsiooniperioodiga. Teades materjali fotoelastsuskonstanti C on võimalik hajunud valguse modulatsiooniperioodist avaldada mehaanilise pinge väärtus selles piirkonnas materjalis valemiga (7):

$$\sigma_1 - \sigma_3 = \frac{\lambda}{C \cdot d} \quad (7)$$

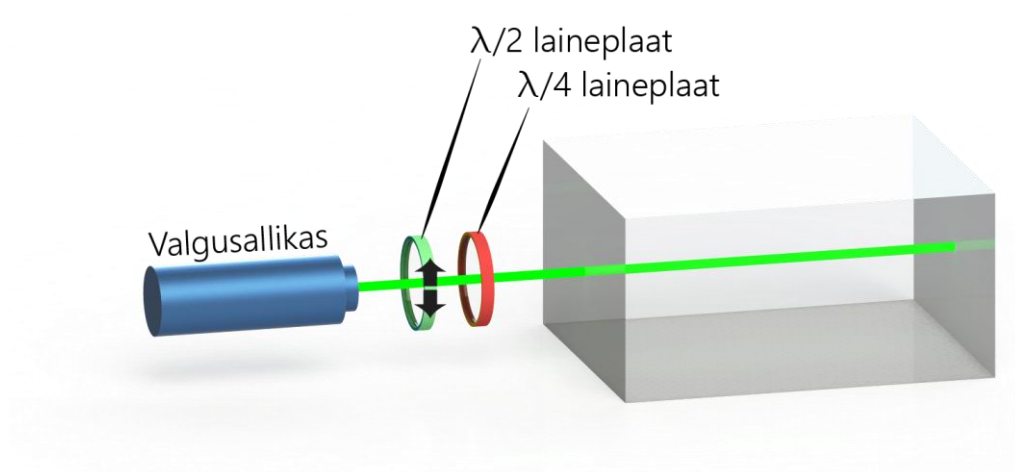
Eeldusel, et σ_3 pingete pind asub piisavalt kaugel kohast, kus mõõdetakse σ_1 pingeid võib lugeda σ_3 mõju tühiselt väikeseks. [4][10][13]

1.5 Faasimodulatsioonimeetod

Valguse faasimodulatsioon tekib pöörleva $\lambda/2$ -plaadi (poollaineplaadi) ja liikumatu $\lambda/4$ -plaadi (veerandlaineplaadi) läbimisel. $\lambda/2$ -plaadi pööramine mistahes nurga φ võrra põhjustab plaati läbiva kiirguse elektrivektori pöördumise. Elektrivektor pöördub kaks korda kiiremini, kui pöördub $\lambda/2$ -plaadi peatelg[11].

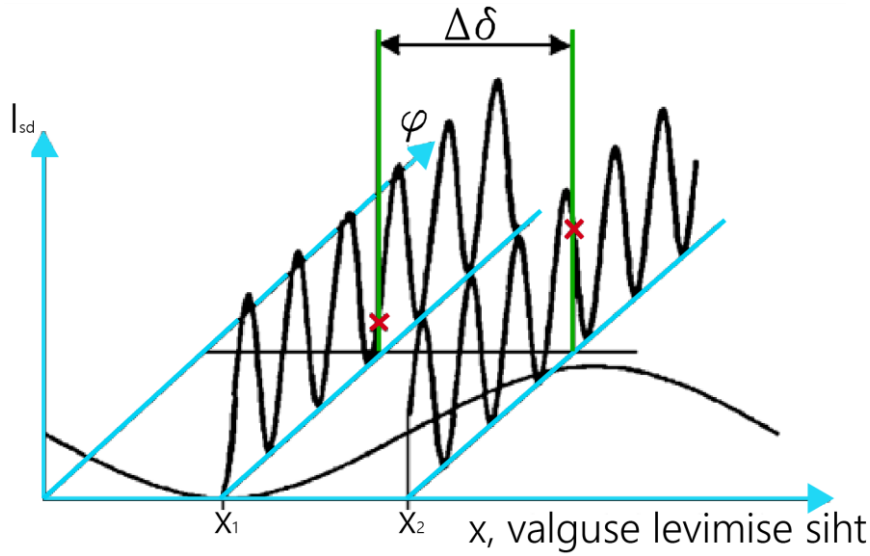
Tulemuseks on $\lambda/4$ -plaadile langeva kiire elektrivektor alati erineva nurga all. $\lambda/4$ -plaadist väljuva kiire polarisatsiooni olek on määratud talle peale langeva valguse elektrivektori nurgaga

	$\lambda/4$ -plaadi	peatelje	suhtes.[11][14]
--	---------------------	----------	-----------------



Joonis 7. Faasimodulatsiooni aparatuur

Faasimodulatsiooni meetod põhineb kahe lähedistiku asetsevat punkti x_1 ja x_2 läbivate kiirte hajunud valguste intensiivsuste jaotuse varieerumises (joonis 7). Nende kahe punkti modulatsioonide käiguvahest $\Delta\delta$ saab leida pinge väärtuse.



Joonis 8. Faasimodulatsiooni idee. $\lambda/2$ -plaadi pööramisest tekkinud modulatsiooni illustreerivad mööda φ telge kulgevad sinusoidid.

Eeldusel, et vahekaugus nende kahe punkti vahel on piisavalt väike, siis pinge väärtus kummaski punktis on võrdne, eeldades, et $\sigma_3 \ll \sigma_1$, saab arvutada peapinge σ_1 väärtuse:

$$\sigma_1 = \frac{\Delta\delta \cdot \lambda}{2\pi \cdot C \cdot \Delta x} \quad (8)$$

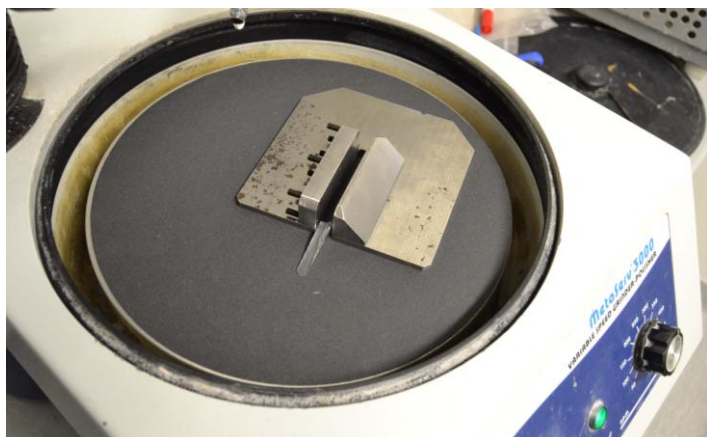
Sageli eemaldatakse faasimodulatsiooniga fotoelastsuseksperimentides σ_3 pingeid põhjustavad servad, sel juhul võib lugeda σ_3 nulliga võrdseks. [10][14]

2. Mõõdetud objekt ja selle ettevalmistamine

Klaasobjekt, mida hakati mõõtma on tootnud Nippon Electric Glass™ Jaapanis. Tegemist on liitium-aluminosilikaatklaasist objektiga (LAS klaas), mis on karastatud kahes erinevas soolas. LAS klaas erineb tavapärasest silikaatklaasist kahe põhilise omaduse poolest: klaasi lokaalvõres on osad räni aatomid asendatud alumiiniumi aatomitega ja võrevahelised naatriumi ioonid on asendatud liitiumiga.[17] Selline klaas käitub karastamise protsessis erinevalt, sest eelkõige on välja vahetatavad võrevahelised ioonid väiksemad, kuid ka vähetähtis pole alumiiniumi osakaal lokaalvõres, mis põhjustab väiksema valentsuse tõttu muutusi võres.[3][15]

Klaasobjekt valmistati valtsimise protseduuriga. Lihvimise ja poleerimise tulemusena valmis 40x40x3 mm risttahuka kujuline klaasitükk. Lihvitud ja poleeritud klaasitükk karastati soolade segus 480 °C juures. Soolade segu koosnes 80 mol% KNO₃ ja 20 mol% NaNO₃ , karastamise aeg oli 1h.

Klaasobjektide üks külg lihviti maha 1,2 mm ulatuses erineva karedusega liivapaberitega, et vältida servapingete mõju mõõtmistele. Hiljem serv poleeriti.



Pilt 1. Lihvimisaparatuur

Elastusmoodul	85 GPa	Murdumisnäitaja pinnal	1,522
Tõmbemoodul	36 GPa	Fotoelastsuskonstant	3,20 Br
Poissoni suhe	0,19	Mõõtmed	40x40x3 mm

Tabel 1. Keemiliselt kõrgkarastatud Nippon Electric™ klaasi parameetrid

3.Mõõteaparatuur ja eksperimendi ülesseade

Faasimodulatsioonimeetod viidi eksperimentaalselt läbi joonisel 9. kujutatud skeemi alusel. Laserikiir lainepikkusega 532 nm väljus Nd:YAG muudetava väljundvõimsusega laserist läbides pööratava $\lambda/2$ -plaadi (ThorLabs WPMH05M-532), paigal seisva $\lambda/4$ -plaadi (WPMQ05M-532) ning ava enne klaasobjekti jõudmist.

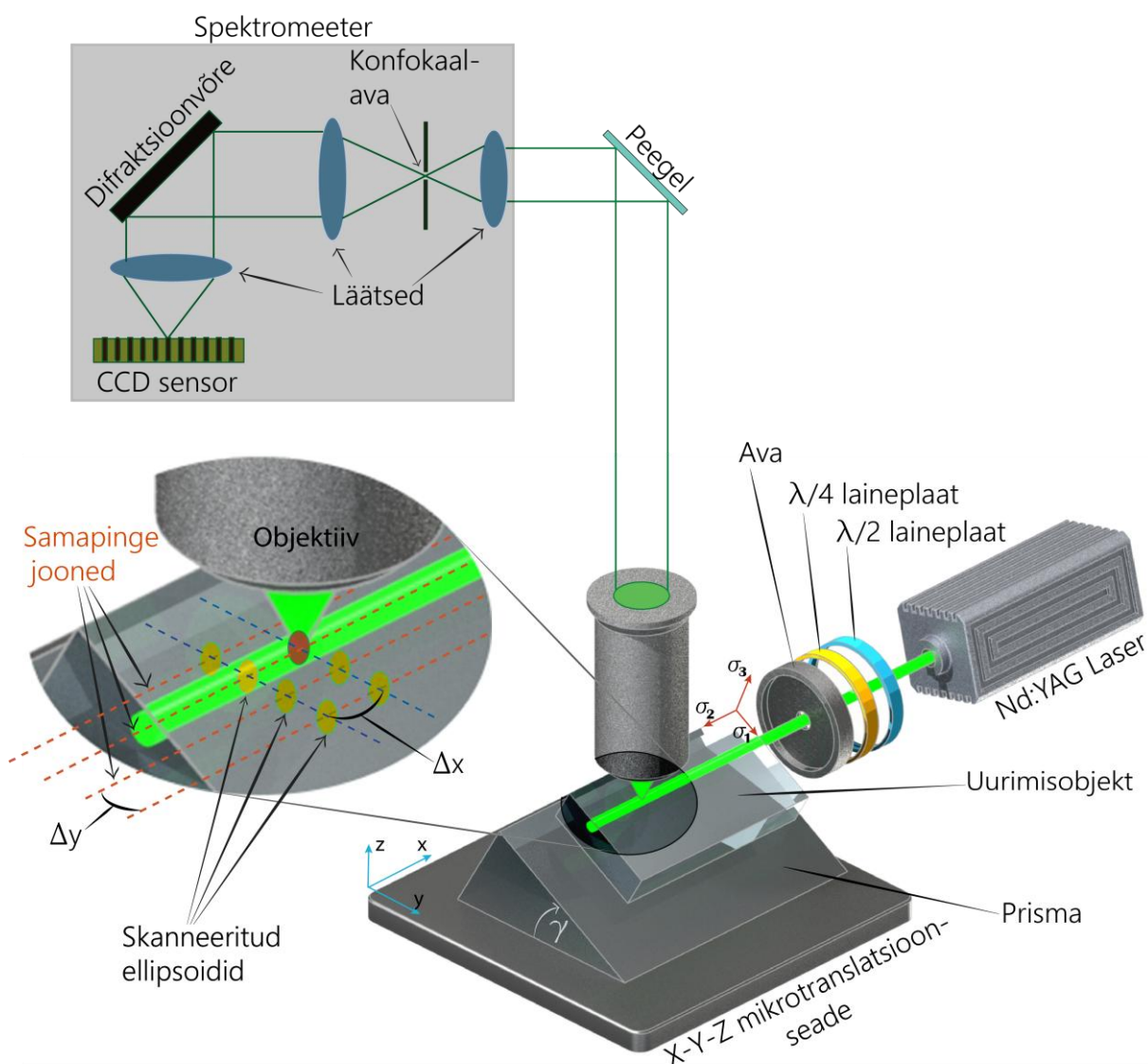


Pilt 2. Laser koos laineplaatide ja avaga

Klaasobjekt asetati prisma peale, et saavutada nullist erinev nurk $\gamma = 6,8^\circ$ vaatlemissuuna ja klaasi optilise telje vahel. Klaasi optiline telg ühtib σ_2 sihiga. Hajunud valguse konfokaalseks detekteerimiseks kasutati Renishaw inVia mikro-Raman spektromeetrit. Spektroskoop koosnes vertikaalsest optilisest mikroskoobist ja sellele järgnevast spektromeetrist. Hajunud valgus levib läbi objektiivi ja kiire kollimaatori ning fokuseeritakse konfokaalavale spektromeetri sees. Valgus juhitakse difraktsioonvõrele (2400joont/mm), kust difrakteerunud vagus fokuseeritakse Peltier' jahutiga CCD sensorile. Konfokaalava läbimõõduga 20 μm kindlustab aksiaalse konfokaalsuse ja piiratud arv aktiivseid CCD sensori elemente tagavad lateraalse konfokaalsuse. [7]

Mõõtmiseks kasutati 100x suurendusega immersioonobjektiivi apertuurarvuga 1,3. Kasutati immersioonõli Cargille murdumisnäitajaga 1,5190. Objekti alust oli võimalik liigutada kolmes suunas arvutijuhitava x-y-z mikrotranslatsioonseadeldisega. Positsioneerimist viidi läbi x-y tasandil süsteemi stabiilsuse ja mõõtetulemuste korratavuse huvides. Transleerimise sammu oli võimalik muuta 0,1 μm kaupa. Koostatud eksperimendiskeemi teoreetiline aksiaalne resolutsioon valemi 3a järgi tuli 0,6 μm ja lateraalne resolutsioon valemi 3b järgi tuli 0,2 μm . Tegelik resolutsioon võib olla kuni kaks korda suurem kasutatava konfokaalava suuruse tõttu. [5] Koostatud eksperiment erineb S.Hödemanni poolt varasemalt teostatud eksperimentidest oluliselt täiustunud konfokaalse spektroskoobi ja immersioonobjektiivi kasutamise poolest. [16] Konfokaalse hajunud valguse meetod on elegantsem alternatiivsetest

keemiliselt karastatud klaaside mõõtmiseks sobivatest meetoditest palju vähem nõudliku objektide ettevalmistuse poolest.[3][14]



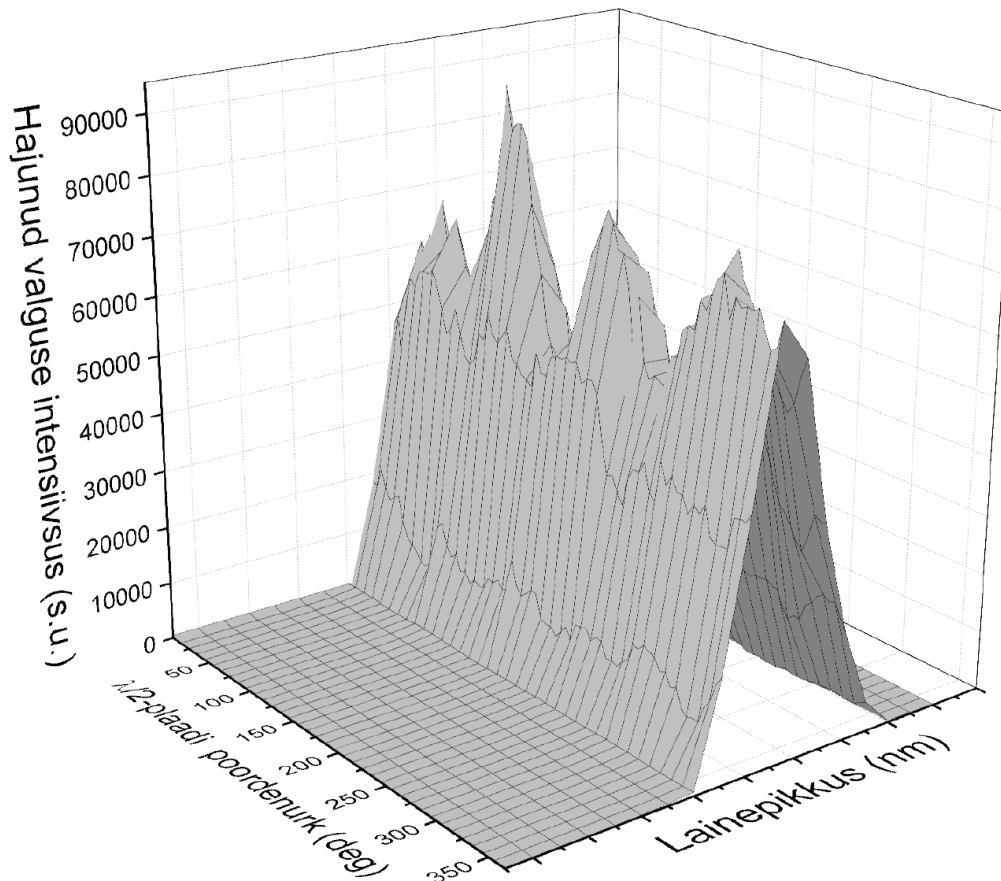
Joonis 9. Mõõteskeem

Eksperimenti käik sai alguse objekti pinna fokuseerimisest. Edasi, piki y-telge nihet viidi fokuseeritud punkt objekti sisse 10 μm sügavusele. $\lambda/2$ -plaati pöörati 5° kaupa 0°-st kuni 360°-ni, iga nurga pöörde järel registreeriti hajunud valguse spekter. [17][18] Spektromeetri ekspositsiooniaeg oli 100 ms. Järgmine punkt registreeriti pärast x-telje sihilist 100 μm nihet ikka 10 μm sügavusel objektis, teostati sama protseduur nagu eelmises punktis. Edasised punktid võeti 10 μm võrra sügavamalt ja 10 μm sammuga kuni 250 μm -ni klaasi sügavusse.[18] Tegelikud sammu pikkused olid veidi suuremad kui 10 μm mõõteprotseduuri lihtsustamise huvides. Hajunud valguse spektrist saadud intensiivsus arvutati Rayleigh piigi alusest pindalast 531 nm kuni 533 nm vahel.

4. Andmete tötlus

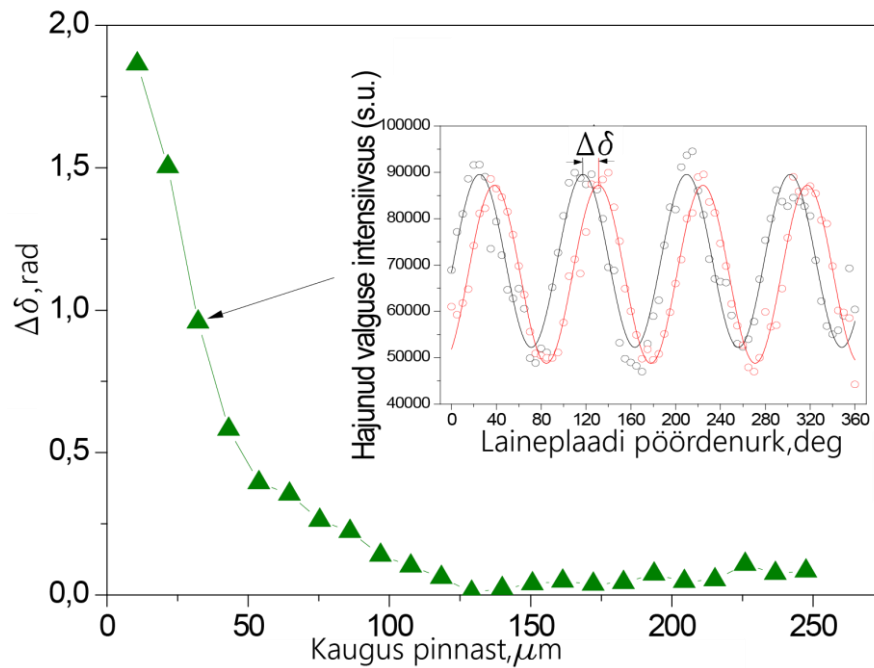
4.1 Pingete analüüs konfokaalse fotoelastsusmeetodi eksperimendi andmeist

Iga pool-laineplaadi täisringi pööramise järel saadud katseandmed lähendati sinusoidaalselt graafikute töötlemise tarkvaras Origin Pro. Käiguvahe oleks olnud võimalik leida ka $\lambda/2$ plaati vähem pöörates ja mõistlike tulemusi



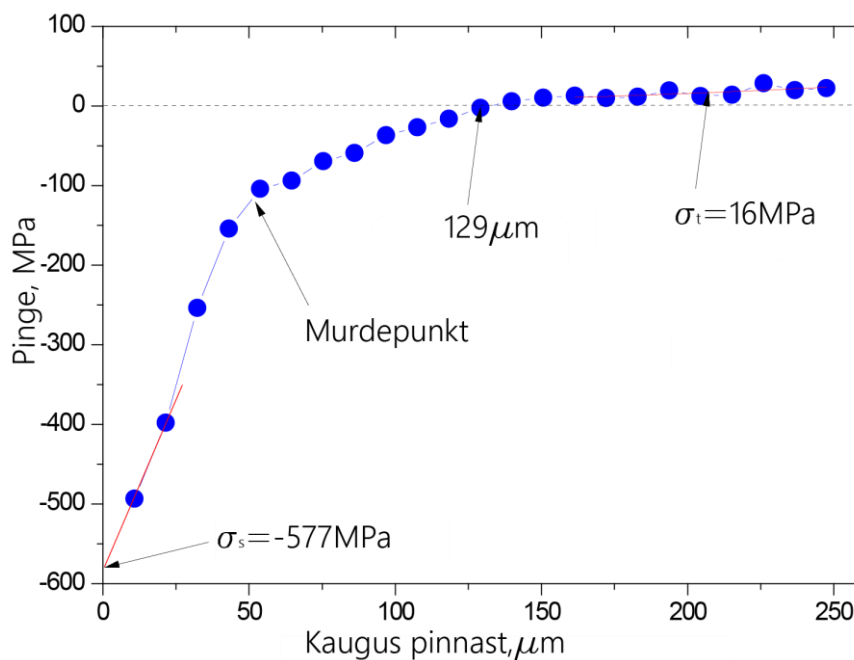
Joonis 10. $\lambda/2$ -laineplaadi pöördenurga muutusest põhjustatud hajunud valguse intensiivsuse muutumine mõõtepunktis. Rayleigh' piigi maksimum on 532 nm.

oleks olnud võimalik saada ka vaid 90° -se pöörde järel, mil valguslaine elektrivektor on teinud juba 180° pöörde. Andmetötluse hõlbustamiseks ja mõõtmistulemuste usaldusväärsuse tõstmiseks langetati otsus siiski täisringi pöörde peale. Tehtud otsus osutus tänuväärseks, sest müra tekkis mõõtmistulemustesse oodatust rohkem. Pikem modulatsioon hõlbustas korrektset lähendamist ja kindlustas tulemuste usaldusväärsust märgatavalt. Igas mõõdetud punkti kohta sündis üks sinusoidaalne intensiivsuse modulatsioon. Saadud lähendatud sinusoidide võrdlemisest punktides x_1 ja x_2 arvutati käiguvahe igal mõõdetud kaugusel objekti pinnast (Joonis 11).



Joonis 11. Käiguvahe profiil ja käiguvahe teke kahe punkti vahel y-teljel

Pingeprofiil (Joonisel 12) arvutati valemist (8). Vältimaks ka väikeseid σ_3 mõjutusi eemaldati pinged klaasobjekti ühe serva pealt (vt 2.pt). Profiil järgib tuntud keemilise karastuse pingeprofiili ligikaudu silikaatklaasides. Survepinge absoluutväärtus väheneb klaasi sügavusse peaaegu lineaarselt kuni murdepunktini profiilis. Edasi kulgeb pinge väärtuse muutus ikka lineaarselt, kuid aeglasemalt kuni pingete nullpunktini 129 μm juures. Pingete nullpunktist edasi kulgevad tõmbepinged, mis saavutavad kiirelt platoo, nende väärtus jääb konstantseks edasi klaasi sisemusse liikumisel.

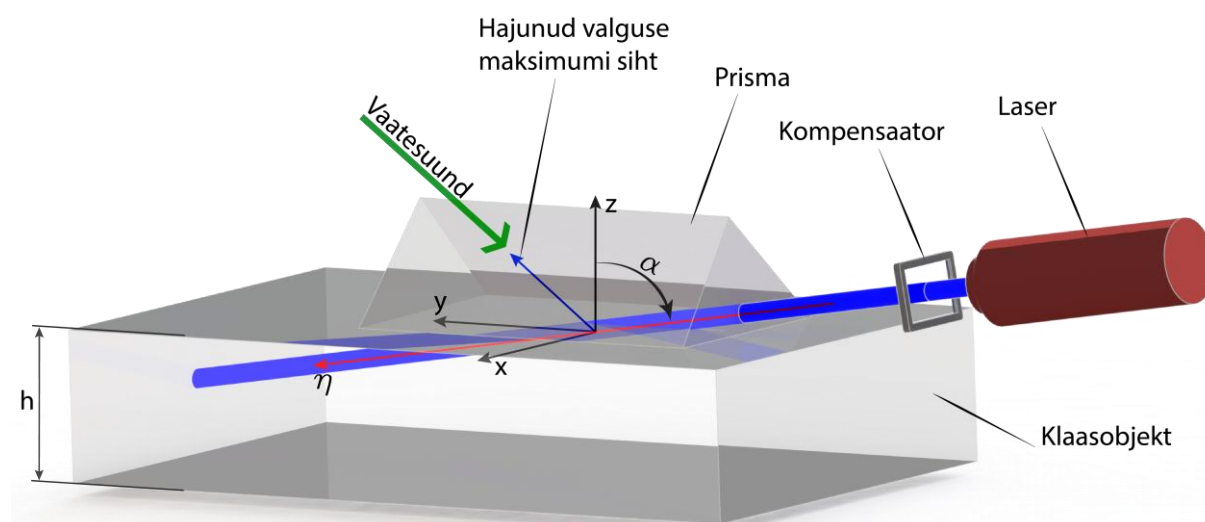


Joonis 12. Käiguvahe profiilist arvatud pingeprofiil

Murdepunkt on omadus pingeprofiilis, mis esineb teadaolevalt vaid keemiliselt karastatud liitium-aluminosilikaatklaasides. Murdepunkti olemust seletatakse ionide vahetuse protsessi muutumisega sellest punktist sügavamale klaasi sisse. Nimelt kaaliumi ionid ei suuda enam edasi tungida klaasi sisse ja survepingete eest vastutavad edasi naatriumi ionid, mis hakkavad vahetama kohti liitiumi ionidega. Väiksemad naatriumi ionid ei põhjusta kaaliumi ionide poolt põhjustatud pingetele võrreldavat klaasi lokaalvõre pingeid, seetõttu ka pingete kasvu kiirus klaasi sisemusse väheneb. Saadud pingeprofiil heidab valgust teoretiseeritud ionide vahetusele ja mõõdetud ionide kontsentratsioonide profiilidele sarnastes karastatud liitium aluminosilikaatklaasides. [8] Tulenevalt eksperimentaalsetest raskustest saada katsepunkte päris pinna lähedalt on pinnapinge ekstrapoleeritud sirgega ja on seetõttu mõnevõrra ebatäpne ja tõlgendamise küsimus. Tulevastesse konfokaalse hajunud valguse eksperimentidesse on mõistlik sisse viia mõningased tehnilised muudatused saamaks infot pinnale lähedamalt.

4.2 LAS klaasobjekti referentsmõõtmised

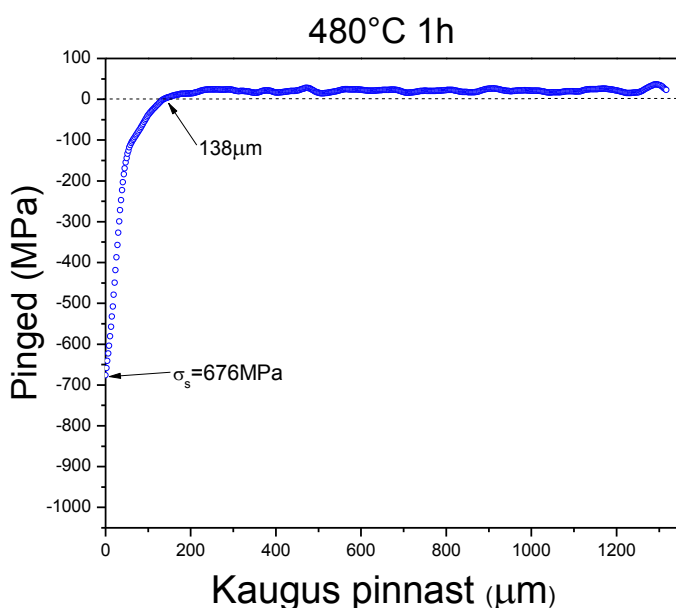
Referentsmõõtmised teostati dr Johan Antoni poolt välja arendatud hajunud valguse polariskoobiga SCALP-05 (GlasStress Ltd). Polariskoop on spetsiaalselt kohandatud keemilise karastuse pingete mõõtmiseks. Polariskoop mõõdab optilise käiguvahe jaotuse piki kiirt ja arvutab sellest pingeprofiili. Polariskoobi varasemas versioonis langes valgus 45° nurga all, mis ei andnud piisavalt head ruumilist lahutus pinnalähedase pingeprofiili mõõtmiseks.



Joonis 13. Polariskoobi põhimõtteskeem

Uues versioonis on valguse pealelangemisnurk $81,4^\circ$, mis võimaldab mõõta pinnalähedase pingeprofiili. Suure pealelangemisnurga tõttu hakkab mõõtetulemusi tugevalt mõjutama valguse paindumise mõju.

S. Hödemanni ja A. Valdmanni poolt on Füüsika Instituudis välja arendamisel valguse paindumist arvesse võttev gradient-teooria, mida plaanitakse rakendada GlasStressi tulevastes polariskoopides.



Joonis 14. Referentsmõõtmiste tulemus samast klaasobjektist

Valguse paindumise mõju võib SCALPi mõõdetud pinnapingeid muuta rohkem kui 100 MPa ulatuses. Selgelt eristub mõningane pinnapinge suuruse ja nullpingete asukoha erinevus polariskoobi mõõtmistes võrreldes konfokaalse hajunud valguse eksperimendi tulemustega. Siin kohal on oluline, et polariskoobi mõõdetud profiili kuju ühtib konfokaalse hajunud valguse meetodi eksperimendi poolt saadud profiili kujuga.

Kokkuvõte

Käesolevas töös uuriti kõrge ruumilise resolutsiooniga konfokaalse hajunud valguse meetodil mehaaniliste pingete olemust keemiliselt karastatud klaasis. Katseobjektina kasutati Jaapanis Nippon Electric Glass'i keemilise karastuse uuringutega tegelevas laboris valmistatud liitium aluminosilikaat klaasist katseobjekt, mille vajalikud parameetrid olid tootja poolt täpselt määratud.

Konfokaalse hajunud valguse meetodi suurim eelis konkureerivate meetodite ees on konkurentsitult parim ruumiline lahutus, mis võimaldab näha omadusi pingeprofiilis, mida konkureerivate fotoelastsusmeetoditega on raske või võimatu näha. Kuigi konfokaalne hajunud valguse meetod pole mittepurustav ja eeldab katseobjekti ühe serva maha lihvimist, on mõõteobjekti ettevalmistamine oluliselt lihtsam kui praegusel ajal levinult kasutusel oleval integraalse fotoelastsuse meetod, mis eeldab tervest objektist õhukese viilu välja lõikamist.[8]

Liitium-aluminosilikaatklaasis mõõdeti esmakordselt hajunud valguse meetodiga pingeprofiil. Mõõdetud profiil vastas mõnede ammu teoretiseeritud küsimustele pingeprofiili tegelikust kujust ja klaasis toimunud ioonvahetuse olemusest. Pingeprofiili kuju oli ajalooliselt kõigepealt ennustatud olema sile polünomiaalne nagu näidatud töö alguses joonisel 1. Hilisemad spekulatsioonid klaasi mehaaniliste omaduste kohata seadsid sellise profiili kuju kahtluse alla. Käesolevas töös on teadaolevalt esmakordselt näidatud nn murdepunktiga pingeprofiil keemiliselt karastatud klaasis.

Konfokaalse fotoelastsuse meetoodika rakendused pole limiteeritud vaid keemiliselt karastatud klaaside pingete mõõtmistele. Meetoodika võimaldaks mõõta kõiki kaksikmurdvaid objekte. Võimalus on uurida kolme-dimensionaalset pingete olemust ja ka tekkimist erisugustes objektides.

Tänuavaldused

Tänan Valter Kiiska õpetussõnade eest Renishaw süsteemiga opereerimise kohta.

Tänan Johan Antonit (Glass Stress LTD) ja tema meeskonda klaasobjektide referentsmõõtmiste eest.

Olen tänulik Takashi Muratale (Nippon Electric Glass) keemiliselt karastatud LAS klaasist katseobjekti eest.

Kasutatud kirjandus

1. McKenzie, H. W. Hand, R. J.: [Basic optical stress measurement in glass](#). Sheffield, Society of Glass Technology, 1999.
2. R. Gy, „[Ion Exchange for glass strenghtening](#),” Saint-Gobain Recherche, F-93303 Aubervilliers, France 2007
3. P. Jannotti, G. Subhash, p. Ifju, P. K. Kreski, A. K. Varshneya, „[Photoelastic Measurement of High Stress Profiles in Ion-Exchanged Glass](#)”, New York, 2011
4. S. Hödemann, P.Möls, J. Kikas, J. Anton,,: [Scattered laser light fringe patterns for stress profile measurement in tempered glass plates](#), *Glass Technol.: Eur. J. Glass Sci. Technol. A*, **55** (3) 90–95, 2014
5. M. E. Nordberg: [Strenghtening by Ion Exchange](#), J. Am. Ceram. Soc. 47, No 5,1964
6. S. Karlsson, [Modification of Float Glass Surfaces by Ion Exchange](#), Doctoral thesis, Linnaeus University, 2012
7. S. Wilhelm, B. Gröbler, M. Gluch, H. Heinz, „[Confocal Laser Scanning Microscopy Principles](#)“, Zeiss 1998
8. M. Moppel: „[Konfokaalse mikroskoobi arendamine Raman- ja mikroluminestsentspektrite mõõtmisteks](#)”, TÜ bakalaureusetöö, 2005
9. G. Scarcelli, S.H. Yun: [Confocal Brillouin microscopy for three-dimensional mechanical imaging](#), *Nature Photonics* **2** 39-43, 2008
10. H. Aben, C. Guillemet: [Photoelasticity of glass](#), Berlin, Springer, 1993.
11. S. Bateson, J.W. Hunt, D. A. Dalby: [Stress measurement in tempered glass plates by scattered light method with a laser source](#), *Ceram. Bull.* 45, 1966.
12. R.Weller, J. K. Bussey: [Photoelastic analysis of three-dimensional stress systems using scattered light](#), National Advisory Committee for Aeronautics, Washington, 1939.
13. I. Hundhammer, A. Lenhart , D. Pontasch, R. Weissmann: [Stress measurement in transparent materials using scattered laser light](#), *Glass Sci. Technol.* 75 No. 5, 2002
14. W. Bradshaw: [Stress profile determination in chemically strengthened glass using scattered light](#), *J. Mat. Sci.* 14 (1979) 2981-1988.
15. J. Shen, D. J. Green, C. G. Pantano, „[Control of concentration profiles in two step ion exchanged glasses](#)“, Pennsylvania, 2003
16. S. Hödemann, „[Pingete mõõtmise keemiliselt karastatud klaasis](#)“, TÜ magistratöö, 2007
17. J.Anton, H. Aben, „[A compact scattered light polariscope for residual stress measurement in glass plates](#), *Glass Processing Days : Conference Proceedings*”, Tampere, Finland, 2003
18. McKenzie, H. W. Hand, R. J.: [Basic optical stress measurement in glass](#). Sheffield, Society of Glass Technology, 1999.

Summary

Confocal detection of Rayleigh scattering for residual stress measurement in chemically tempered glass

A confocal scattered light method for stress profile measurement in chemically tempered glass plates has been proposed in the thesis at hand. Measurement capability in difficult to measure complex ion-exchanged chemically tempered glass plates was presented. Glass sample produced by Nippon Electric Glass was used in measurements trials.

Very high spatial resolution was obtained, which is the main advantage of the proposed method. Even though the method requires lapping and polishing of one edge of chemically tempered glass plate it has significant advantage over slice cutting method. [8] The confocal scattered light method is still a destructive method, but the sample preparation effort is minimized.

Scattered light method was used for the first time to measure stress profile in a chemically tempered lithium-aluminosilicate glass. The difficult task to discriminate scattered light modulation on micrometer scale could be taken on accurately only by a measurement apparatus capable of a micrometer resolution. A unique stress profile was measured that showed some features seen for the first time in a lithium aluminosilicate glass. The breaking point in the stress profile was the highlight of the measurement results, shedding light to some phenomenas in current theories in multi-ion exchange processes in glasses.

Presented method opens up a possibility to take 3D mechanical strain profiles of birefringent objects. Application of the presented new micron scale stress measurement method is not limited to chemically tempered glasses. All birefringent materials can be measured. 3D mapping of complex strain relationships in transparent materials can be conducted.

Lihtlitsents lõputöö reprodutseerimiseks ja üldsusele kättesaadavaks tegemiseks

Mina, Priidik Möls,

- 1.a) annan Tartu Ülikoolile tasuta loa (lihtlitsentsi) enda loodud teose **Jääkpingete uurimine konfokaalse hajunud valguse meetodiga liitium-alumionsilikaatklaasis**, mille juhendaja on Siim Hödemann,
- 1.b) reprodutseerimiseks säilitamise ja üldsusele kättesaadavaks tegemise eesmärgil, sealhulgas digitaalarhiivi DSpace-is lisamise eesmärgil kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni;
- 1.c) üldsusele kättesaadavaks tegemiseks Tartu Ülikooli veebikeskkonna kaudu, sealhulgas digitaalarhiivi DSpace'i kaudu kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni.
- 2) olen teadlik, et punktis 1 nimetatud õigused jäävad alles ka autorile.
- 3) kinnitan, et lihtlitsentsi andmisega ei rikuta teiste isikute intellektuaalomandi ega isikuandmete kaitse seadusest tulenevaid õigusi.

Tartu, **27.05.2015**